

茶叶香气提取方法

郭向阳^{1,2,3}, 宛晓春^{3*}

(1. 韩山师范学院食品工程与生物科技学院, 潮州 521041; 2. 深圳大学光电工程学院, 深圳 518060;
3. 茶树生物学与资源利用国家重点实验室, 合肥 230036)

摘 要: 目前已鉴定的茶叶挥发性成分有 700 种左右, 茶叶香气是由挥发性成分以一定的比例和含量组成的混合物, 进而呈现出不同的茶叶风味。香气是茶叶的灵魂, 关乎茶叶品质的优劣, 影响消费者喜好度和选择性。茶叶挥发性成分的有效提取是研究茶叶风味及香气性能的关键, 采用合适的茶叶香气提取方法, 完整地萃取、富集真实茶香, 有助于茶叶香气成分鉴定和分析。本研究综述了主要的茶叶香气提取方法, 对其特点、应用性能进行了概述和总结, 并提出了真实茶叶香气萃取的基本策略。

关键词: 茶叶香气; 提取方法; 同时蒸馏萃取; 固相微萃取; 溶剂辅助风味蒸发法

Extraction methods of tea aroma

GUO Xiang-Yang^{1,2,3}, WAN Xiao-Chun^{3*}

(1. School of Food Engineering and Biotechnology, Hanshan Normal University, Chaozhou 521041, China;
2. College of Optoelectronic Engineering, Shenzhen University, Shenzhen 518060, China;
3. State Key Laboratory of Tea Plant Biology and Utilization, Hefei 230036, China)

ABSTRACT: At present, almost 700 volatile constituents have been identified in tea (*Camellia sinensis*), and tea aroma is a mixture of volatile components in a certain proportion and concentration. Aroma is the soul of tea, and also is the key important factor to determine tea quality, which affect the preference and consumer's selectivity. Effective extraction of tea volatile components is vital for revealing the tea flavor and aroma property. It is helpful to identify and analyze the aroma components of tea leaves by using proper methods to completely extract and enrich the real aroma. This paper summarized the main methods of tea aroma extraction and their characteristics and application properties, and put forward the basic strategies of real tea aroma extraction.

KEY WORDS: tea aroma; extraction methods; simultaneous distillation and solvent extraction; solid phase micro-extraction; solvent assisted flavor evaporation

1 引 言

茶(*Camellia sinensis*), 风味性能优异, 健康功效显著, 逐渐成为最受欢迎并广泛消费的世界 3 大无酒精饮料之一^[1]。因加工工艺的不同, 可以将茶分为绿茶、红茶、乌龙茶、黄茶、白茶及黑茶。不同种类的茶均有其独特的香气特征

及韵味^[2]。

茶叶香气是茶叶品质优劣的一个重要考量因子, 决定了茶叶等级的划分及茶叶价格定价, 是影响消费者对于茶叶喜好及消费的一个重要因素^[1]。一般认为, 茶叶香气为萜烯类、醇类、酮类、杂环类等具花果香、烘烤香的挥发性成分以一定的含量和比例呈现出来的综合风味^[3-5],

基金项目: 现代农业(茶叶)产业技术体系建设专项资金项目(CARS-19)

Fund: Supported by Modern Agriculture (Tea) Industry Technical System Construction Special Fund Project(CARS-19)

***通讯作者:** 宛晓春, 博士, 教授, 主要研究方向为茶叶加工与品质化学。E-mail: xcwan@ahau.edu.cn

***Corresponding author:** WAN Xiao-Chun, Ph.D, Professor, State Key Laboratory of Tea Plant Biology and Utilization, Anhui Agricultural University, Hefei 230036, China. E-mail: xcwan@ahau.edu.cn

分析茶叶香气的化学组成、含量及其比例对于解构茶叶香气特征十分重要,可以在此基础上对茶叶香气性能进行准确、客观的量化分析。

茶叶香气提取方法多样,不同茶类均有其适宜的提取方式,不同挥发性化合物在不同提取方法下的提取率也有所不同。采用合适的茶叶香气提取方法,完整地萃取、富集真实茶香,有助于茶叶香气的成分鉴定和分析,能够准确客观的反映茶叶真实香气。

茶叶香气的提取方法研究为茶叶加工、茶香精的调配、茶相关产业从业者的理论指导以及相关茶产业的发展提供技术支持。

2 茶叶香气提取方法

茶叶香气是茶叶的灵魂,关乎到茶叶品质的优劣,影响着消费者喜好度。茶叶香气的提取完整度决定了后续的成分分析,因此茶叶香气提取方法的选取至关重要^[6,7]。茶叶香气提取,常采用同时蒸馏萃取^[3,6,8-10]、减压蒸馏^[3,6,9]、顶空吸附^[8]、超临界流体萃取^[8]、固相微萃取^[11-15]、溶剂辅助萃取蒸馏以及有机溶剂萃取法等。

2.1 同时蒸馏萃取法

同时蒸馏萃取(simultaneous distillation and solvent extraction, SDE)是由 Likens 和 Nickerson 于 1964 年设计并应用于香气萃取的实验装置,如图 1,是目前茶叶香气提取中应用最广泛的方法之一^[15,16]。同时蒸馏萃取将蒸馏与萃取合二为一,操作简便,香气物质的提取率和回收率相对较高。SDE 提取茶叶香气的过程中,加热条件下挥发性香气成分随着水蒸气与萃取溶剂蒸汽在密闭装置的顶部混合,而后冷凝回流,在提取时间内,可以对挥发性香气物质进行反复萃取富集,萃取的量级达到 10^{-9} ,并可以在 10^{-6} 浓度范围内对大多数有机化合物进行定量提取,样品及溶剂的使用量小。提取过程中加入内标物质同样品一起萃取,在后期色谱检测中方便对挥发性成分进行定量分析^[3,6,8,9,11,12]。

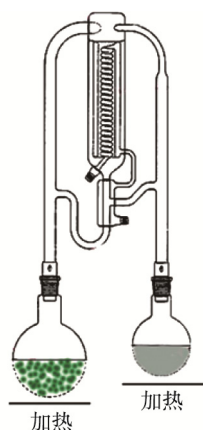


图 1 同时蒸馏萃取仪

Fig.1 Simultaneous distillation and solvent extraction apparatus

同时蒸馏萃取操作简单,对茶叶挥发性组分提取较为完全,尤其对醇类成分的提取较好^[6],茶叶香气萃取的过程中,能够捕集到较多的戊烯醇、己烯醇等低沸点化合物以及壬醛等直链醛类和橙花叔醇等萜烯化合物^[8]。但萃取的过程中伴随着高温的蒸馏过程,一些热敏性成分易在此过程中挥发,并发生相应化合物成分的降解反应,产生人工效应物^[6,17]。乌龙茶的香气前体物质——糖苷类成分,在高温条件下易发生降解反应而释放出萜烯类香气成分,对茶叶本身香气形成了干扰,存在一定程度的香气失真现象。SDE 对酸类成分的提取较弱^[6],羟基酯类化合物的回收率低^[18],同时由于长时间的高温萃取,SDE 法可得到吡咯、吡嗪类杂环化合物^[11]。

SDE 是茶叶香气提取中惯用的萃取方法,操作简便,设备要求较低,辅以低温冷凝装置可以较好的对茶叶体香成分进行萃取富集,在绿茶、红茶及乌龙茶香气提取分析中应用较多,但长时蒸煮导致后段样品中蒸煮味的产生及香气失真,限制了其对茶叶中低沸点挥发性成分的提取及比较分析。

2.2 水蒸气蒸馏法

水蒸气蒸馏(steam distillation, SD)是分离和萃取与水不相混溶的挥发性物质常用的方法^[19],一般需要加热条件,可能会造成一些馏分因热降解或挥发而损失。适用于挥发性好,能跟随水蒸气一起蒸馏出来而不被破坏,难溶于水且在水中能够稳定存在的组分的浸提,常用于植物精油的提取与制备,在香精香料工业中应用较多^[20-22]。常用的水蒸气蒸馏萃取茶叶香气的挥发油测定器装置如图 2。

水蒸气作为加热源,蒸馏干燥茶叶粉末,在热力作用下,挥发性成分逸出茶水体系,被水蒸气带出蒸馏器,再经冷凝,进行分离和提纯,得到茶叶香气组分。如图 2 所示。

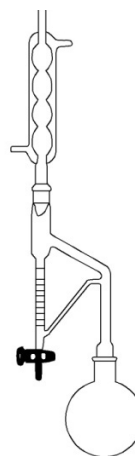


图 2 水蒸气蒸馏^[19]

Fig.2 The steam distillation^[19]

水蒸气蒸馏提取的工艺流程一般为: 茶叶原料→干燥→粉碎→过筛→(盐)水浸泡→水蒸气蒸馏→分离→有机溶剂富集, 后收集挥发油测定器中有机溶剂并浓缩得茶叶香气组分样品。通常液料比、提取时间、茶叶颗粒大小及有机溶剂种类等是影响富集结果的主要因素。

水蒸气蒸馏法提取茶叶香气组分操作简单, 成本较低, 得率相对稳定, 是香精工业中常用的提取精油及植物挥发性组分的方法, 也可应用于茶叶香气的萃取富集^[23]。弱极性溶剂的使用, 也有助于乌龙茶、黄茶或白茶中花、果香气的提纯。

2.3 超临界 CO₂ 流体萃取法

超临界 CO₂ 流体萃取(supercritical CO₂ fluid extraction, SFE-CO₂)是近年来利用较多的一项化工分离的新技术, 相对于水蒸气蒸馏法提取茶叶挥发性香气, 其操作温度较低, 可以在接近室温(35~40 °C)条件下萃取, 分离效率较高, 萃取和分离过程合二为一, 能耗少, 而且采用 CO₂ 作为溶剂, 避免了有机溶剂的残留。

CO₂ 在超临界状态下具有气液双重特性, 密度趋近于液体, 黏度、扩散系数则接近于气体, 溶解能力能够随温度、压力变化而改变。萃取过程中加入合适的夹带剂, 能够实现以不同条件提取不同类的物质, 从而达到分离混合组分的要求。CO₂ 是惰性气体, 萃取过程中不会参与化学反应的发生, 临界温度低(31 °C), 无味、无臭、无毒, 安全性好, 价格便宜, 易取得纯度较高的气体, 能够循环使用, 降低成本。超临界 CO₂ 流体萃取示意图, 如图 3 所示。

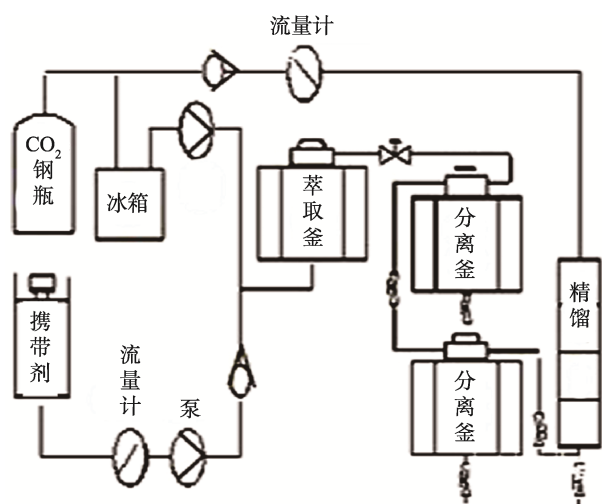


图 3 超临界二氧化碳流体萃取示意图

Fig.3 The diagram of supercritical CO₂ fluid extraction

超临界 CO₂ 流体萃取常用于茶叶脱咖啡因的应用及天然植物油树脂的提取和制备, 对弱极性或非极性组分的萃取和分离效果较好, 能够较为完全地提取茶叶香气成分^[8,23]。茶叶香气萃取过程中, 夹带剂的使用可以有效的提高

香气成分的萃取程度。但超临界萃取的相关设备昂贵, 是制约其工厂化生产的主要原因。

2.4 有机溶剂萃取法

以一种或多种有机溶剂提取样品脂溶性成分的方法称作有机溶剂萃取法^[24]。乙醇、甲醇、乙酸乙酯、正戊烷、二氯甲烷等是常用的有机溶剂。有机溶剂萃取法可用于茶叶干茶或茶汤香气的萃取, 一般是干茶直接浸泡于有机溶剂中或以有机溶剂萃取过滤的茶汤, 收集有机溶剂相后常压或减压蒸馏除去多余有机溶剂即得茶叶油树脂产品。溶剂回收可以重复利用。有机溶剂对茶叶中脂溶性成分的溶解性较强, 但得到的组分较为复杂, 多为茶叶油树脂, 后期需经除杂、纯化处理。

有机溶剂的选择是茶叶油树脂生产的主要因素, 会制约茶叶油树脂的产品得率、色泽、香气、质量以及风味特征^[9,25]。

2.5 液液萃取法

液-液萃取(liquid-liquid extraction, LLE)常用于样品中基质与被测物质的分离, 在 2 种不相混溶液体或相之间通过分配对样品进行分离而达到提纯被测物质和消除干扰物质的目的^[26]。可通过选择 2 种不相容的液体对萃取过程的选择性和分离效率进行有效控制。在大部分情况下, 一种液相是水溶剂, 另一种液相是有机溶剂。液-液萃取在茶叶香气提取方面应用较少, 可用于茶汤香气的富集提取, 一般需结合溶剂萃取或减压蒸馏对茶叶香气进行萃取提纯和浓缩, 而后直接经气相色谱质谱(gas chromatography-mass spectrometer, GC-MS)检测分析。但茶叶香气样品中富集的非挥发性物质对后续香气检测仪器(GC/GC-MS)进样口及气相柱有污染风险。

2.6 固相微萃取法

固相微萃取(solid phase microextraction, SPME)是一种选择性非溶剂型萃取法^[27], 利用不同材质的纤维对挥发性成分的吸附作用进行香气成分的萃取分析操作时, 将纤维头浸入样品溶液或顶空气体中一段时间, 同时搅拌样品(固体或液体状态)以加速两相间达到平衡的速度, 平衡后将纤维头取出插入气相色谱汽化室, 热解吸纤维涂层上吸附的物质, 进行挥发性物质组分分析, 它是集萃取、浓缩、解吸于一体的新技术。有直接萃取、顶空萃取和膜保护萃取 3 种不同的萃取模式。固相微萃取法在茶叶干茶香和茶汤香气的萃取上应用较多^[28-32], 其操作流程如图 4。

龙立梅等^[12]利用顶空-固相微萃取法萃取了 3 种名优绿茶的挥发性成分, 优化了萃取温度和萃取时间参数, 并优选了萃取头, 固相微萃取相比传统的同时蒸馏萃取法方便、快捷, 萃取的化学成分无显著性差异, 同时对于热敏性香气的提取较充分, 且无有机试剂的干扰, 能够体现茶叶的本真香气^[33]。

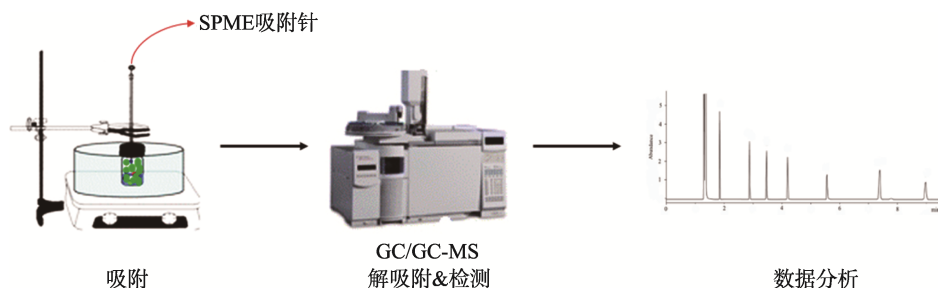


图 4 固相微萃取操作流程

Fig.4 The operation process of solid phase microextraction

SPME 在茶叶干茶、茶汤香气的萃取分析中有一定的优势,吸附操作相对简单,样品制备方法较易掌握,可以附配盐析效应对茶汤中挥发性成分进行有效富集萃取。但 SPME 纤维头对挥发性成分的选择性吸附易导致数据分析中香气组成比例的失衡,且难以进行定量分析。

2.7 固相萃取法

固相萃取(solid phase extraction, SPE)是利用固体吸附剂对液体样品中的目标化合物进行选择性的吸附,与样品的基体和干扰物质分离,然后在常压、加压或减压条件下用洗脱液进行选择性洗脱或加热解吸附^[34],达到分离和富集目标化合物的目的^[35]。一般基于分析物在不同介质中被吸附的能力差将标的物提纯,有效的将标的物与干扰组分分离,增强了对分析物特别是痕量分析物的检出能力,同时提高了被测样品的回收率^[36]。

固相萃取较常用的方法是使液体样品溶液通过吸附剂,被测物质保留,然后选用适当强度溶剂冲去杂质,最后用少量溶剂迅速洗脱被测物质,从而达到快速分离、净化和浓缩的目的。也可选择性吸附干扰杂质,而让被测物质流出;或对杂质和被测物质同时进行吸附,再使用合适的溶剂选择性洗脱被测物质。硅胶或 C_{18} 填料是常用的固体吸附剂。图 5 为固相萃取示意图。

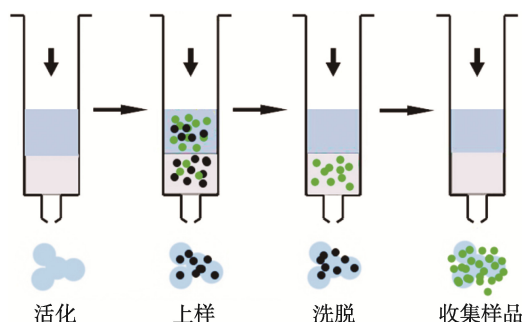


图 5 固相萃取示意图

Fig.5 The diagram of solid phase extraction

SPE 技术相对成熟,填充不同固体吸附剂的吸附小柱已完全商品化,操作简便,省时省力。固相萃取法是一种较好的样品前处理技术,在茶叶香气萃取及提纯中得到越

来越多的应用,而且能够有效降低或避免液液萃取或溶剂萃取样品中非挥发性杂质成分对气相色谱柱的污染^[37]。但基于不同乌龙茶香气富集提纯的固体吸附填料和洗脱液的选取以及吸附、解吸附参数的优化是能够有效、完全提取茶叶香气的关键。

2.8 减压蒸馏萃取法

减压蒸馏萃取法(vacuum distillation extraction, VDE)^[3]是一种常用的香气提取分离方法。将样品和蒸馏水置于减压蒸馏装置的烧瓶中,烧瓶保持在一定温度的水浴中,进行减压蒸馏收集冷凝液,再利用有机溶剂对冷凝液进行萃取。整个过程均是在较低的温度下进行,避免了高温对样品挥发性物质的影响,提取的香精油能较好的反映原料真实的香气物性,是一种较好的香气提取方法,但对茶叶挥发性香气成分的提取率和回收率都较低^[6]。VDE 法用样量大,对酸类和醛类的萃取比例较高,但对酯类香气的捕集能力相对较弱^[6]。VDE 法的减压环境一般采用抽真空方式获得,不可避免的会对挥发性成分造成损失,因此在茶叶香气组分萃取上应用较少。

2.9 顶空吸附法

顶空气体捕集法(headspace analysis, HSA)是一种操作简单的茶叶香气萃取方法。样品无需前处理。样品中挥发性成分的捕集,是利用相应的吸附剂在样品上方直接吸附一定时间对香气进行萃取,而后在相应程序下进行解吸,解吸成分可直接用于 GC/MS 进样分析^[38]。有静态吸附和动态顶空吸附两种方式。顶空吸附能很好的反映茶叶原料的真实香气特征,但对于香气的吸附绝对量小,灵敏度低,限制了香气物质的后续结构解析及在茶叶微量成分检测分析上的应用^[8]。顶空萃取操作流程如图 6 所示。

2.10 溶剂辅助风味蒸发法

溶剂辅助风味蒸发法(solvent assisted flavor evaporation, SAFE)是一种从复杂样品基质中温和、全面地提取挥发性组分的方法,整个萃取体系在高真空的作用和液氮的保护下可以使得基质中挥发性成分在接近室温条件下蒸发而得到有效分离^[39]。

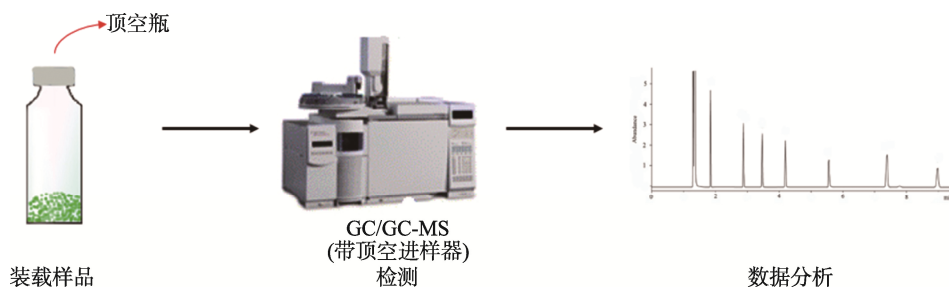
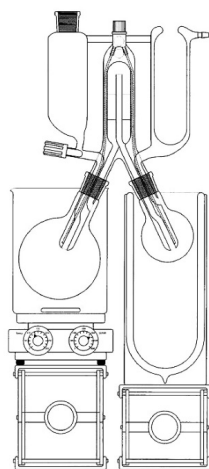


图 6 顶空萃取操作流程

Fig.6 The operation process of Headspace extraction (HS)

SAFE 对样品中热敏性成分具有较好的保护作用, 能够获得自然、逼真的真实样品香气, 对茶叶挥发性组分中低沸点的萜烯类香气, 热敏性成分以及较高沸点的在高温下易降解的酯类香气的分离分析比较适用^[40-43]。

图 7 为 SAFE 的剖面示意图。

图 7 溶剂辅助风味蒸发装置^[39]Fig.7 The solvent assisted flavor evaporation apparatus^[39]

SAFE 是一种有效的挥发性物质前处理方法, 辅助目标香气成分的蒸发, 能够获得完整、自然的真实香气, 同时能够对难挥发成分进行分离剔除, 对含有多种不挥发成分, 且易发生凝聚的茶汤基质具有较好的香气分离效果^[37,44]。但其价格昂贵, 需配备能够达到较低真空度的分子泵, 抽真空及液氮循环作用下对玻璃仪器的密封性和耐受性能有较高要求, 对仪器操作者的操作技能及娴熟度提出了较高要求。

SAFE 在茶叶挥发性成分萃取中受到越来越多的重视, 低真空度及低冷凝温度控制能够获得自然、真实的茶汤香气, 蒸馏过程中能够对茶多酚、咖啡碱、多糖等物质具有较好的剔除作用, 避免不挥发物质对检测仪器的污染或损毁。但 SAFE 价格较为昂贵, 主要部件及相关配件大多依赖进口, 亟需密闭性能好、价格便宜的国产化配件出售和量产。

2.11 搅拌棒吸附萃取法

搅拌棒吸附萃取(stir bar sorptive extraction, SBSE)是利用聚合物涂层吸附挥发性成分或半挥发性成分的一种新型的样品前处理技术, 其吸附机制与 SPME 类似, 但能够在样品成分萃取时自身完成搅拌吸附, 经与气相色谱联接的热解吸仪(thermal desorption unit, TDU)完成热脱附或经溶剂解吸后, 进行样品成分检测^[45]。

SBSE 法对香气的回收率较大, 精密度较高, 重现性较好, 在酒类香气, 特别是葡萄酒挥发性成分检测上应用较多, 在茶叶香气提取及前处理方法选取中也受到越来越多的重视^[46-49]。

2.12 其他方法

茶叶香气的提取除了以上几种见诸于文献的方法外, 也有一些香气萃取的新设备、新方法出现, 但大多是在基本方法的基础上加以辅助的设备或仪器, 以缩短提取时间和提高茶叶香气得率^[50]。

过柱吸附法是茶叶挥发性香气物质提取方法之一, 更多用于茶叶中糖苷类香气前体物质的提取和纯化。利用吸附剂对茶叶样品吸附, 而后通过洗脱液的洗脱、回收溶剂、浓缩, 得到目标样品^[23]。操作无需高温, 可以避免热敏性成分的损失, 但实验过程相对复杂、耗时, 有机溶剂洗脱会导致吸附树脂中非目标成分的溶出, 干扰样品的分析^[12]。柱填料种类、洗脱剂的选择是制约样品制备的重要因素。

超声波技术和微波技术也可借鉴并应用于茶叶香气的辅助提取。超声波具有空穴效应、机械效应及热作用, 能够破坏植物的细胞壁, 迅速的释放出植物中的有效成分, 大大缩短提取时间。与其他茶叶挥发性物质提取方法进行联用, 辅助提取茶叶挥发性成分, 提高香气成分的得率^[51,52]。

微波能在交频磁场和电场作用下, 加剧物质间分子运动, 增大分子间的碰撞频率, 可以使其短时间内达到活化状态, 同时分子的剧烈运动会致植物细胞内部结构的破坏, 有利于释放或溶出植物有效成分, 大大提高茶叶内含物质及挥发性成分的逸出。因此, 将微波技术应用于茶

叶挥发性香气物质的提取是一种切实有效的方法^[53,54]。与传统的同时蒸馏萃取法相比,提取时间和溶剂用量均大大减少。

无溶剂微波提取法 (solvent-free microwave extraction, SFME) 即是干法蒸馏与微波加热技术的结合^[55]。可以直接使用茶叶鲜叶,也可以将茶叶干基原料提前用水浸泡一定时间后,除去多余水分至茶鲜叶含水量,然后放入蒸馏装置,不加任何溶剂或水,微波辅助加热收集茶叶挥发性成分。茶叶原料无须粉碎,整个过程不加任何溶剂,是一种节能、有效地提取挥发性香气的方法。

盐析法也是常用的植物挥发性成分的辅助提取方法^[56]。一定浓度的盐溶液可以改变植物细胞渗透压,使细胞中的有效成分快速的溶解和释放出来,同时盐溶液也降低了茶叶中挥发性成分在水中的溶解度,提高得率。常用于植物

精油的提取和制备,也可辅助用于茶叶中挥发性成分的蒸馏提取或浸提。

主要茶叶香气提取方法特点及比较,见表 1。

3 结论与展望

茶叶香气是多种挥发性成分相互作用所呈现的结果,因此需要萃取完整香气组分方能反映本真茶香,单一一种提取方法都不足以获得茶叶的真实香气,需依据茶叶种类及相关原料、品种特性,采用多种提取方法萃取,优劣互补,对茶叶香气进行完整提取和呈现^[4]。同时,茶叶香气萃取研究中,应摸索和优化出适宜的提取方法,并建立标准,在保证茶叶香气完全呈现的基础上,兼顾茶叶香气提取的重现性,提高茶叶成分分析的准确性,有益于数据的整合利用。

表 1 茶叶香气提取方法
Table 1 Extraction methods of tea volatile

提取方法		应用程度 (茶叶香气提取)	设备及操作	提取特点	缺点
1	同时蒸馏萃取法	多	设备要求低,操作简单	提取茶叶体香成分,醇类成分富集较好,酸类成分及羟基酯类化合物回收率低	加热过程中热敏性成分散失,产生人工效应物
2	水蒸汽蒸馏法	少	设备要求低,操作简单	提取茶叶体香成分,可用低沸点有机溶剂富集茶叶花、果香成分	加热过程中热敏性成分散失,产生人工效应物
3	超临界 CO ₂ 流体萃取法	少	设备昂贵,操作复杂	干茶香气萃取,茶叶风味成分提取较为完全,可用于弱极性 & 非极性成分的分 离萃取,提取的油脂类成分需后期分 离纯化	设备昂贵,后期需分离 纯化挥发性组分
4	有机溶剂萃取法	少	设备要求低,操作简单	干茶、茶汤香气萃取,溶剂的选取较为 关键	难挥发性物质的富集, 香气失真
5	液液萃取法	极少	设备要求低,操作简单	茶汤香气萃取,溶剂的选择较为关键	难挥发性物质的富集, 发生香型改变
6	固相微萃取法	多	设备要求低,操作简单	干茶、茶汤香气萃取,吸附纤维头的选 取及参数优化较为关键,无溶剂干扰, 对热敏性成分提取较好	选择性吸附挥发性成 分,香气失真
7	固相萃取法	多	设备要求低,操作简单	茶汤香气萃取,可依吸附剂类型选择性 分离挥发性成分	参数优化较为复杂
8	减压蒸馏萃取法	少	设备要求高,操作简单	茶汤香气萃取,真空条件下回收挥发性 成分,酸类及醛类成分回收率高	样品用量大,酯类成分 的捕集弱,抽真空易导 制香气损失,香气提取 率及回收率低
9	顶空吸附法	多	设备要求高,操作简单	干茶、茶汤香气萃取,反映茶叶真实香气	灵敏度低,挥发性成分 的吸附绝对量小
10	溶剂辅助风味蒸发法	多	设备要求高,操作复杂	茶汤香气萃取,中、低沸点挥发性成分 的富集萃取,香气保留较为完整,真实	设备昂贵,操作要求高
11	搅拌棒吸附萃取法	少	设备要求高,操作简单	茶汤香气萃取,回收率较大,精密度高, 重现性好	茶汤中难挥发性成分 易富集于搅拌吸附柱, 难以清洗及回收利用

茶叶中不挥发性物质较多, 在茶叶香气提取或制备的过程中, 易对挥发性成分进行干扰, 两者的交互作用会影响真实茶香的分析和判断。如何更好的排除不挥发性物质的干扰及后续检测中对仪器元件的污染和损伤是值得注意的问题。

茶叶香气的有效提取, 为茶叶挥发性成分的后续检测、数据分析, 香气性能的研究, 致香成分的确认, 茶叶香气生成机制的揭示, 十分有益。

参考文献

- [1] Ho CT, Zheng X, Li S. Tea aroma formation [J]. Food Sci Human Wellness, 2015, 4(1): 9–27.
- [2] Yi T, Zhu L, Peng WL, *et al.* Comparison of ten major constituents in seven types of processed tea using HPLC-DAD-MS followed by principal component and hierarchical cluster analysis [J]. LWT-Food Sci Technol, 2015, 62(1): 194–201.
- [3] Zheng XQ, Li QS, Xiang LP, *et al.* Recent advances in volatiles of teas [J]. Molecules, 2016, 21(3): 338.
- [4] Yang Z, Baldermann S, Watanabe N. Recent studies of the volatile compounds in tea [J]. Food Res Int, 2013, 53(2): 585–599.
- [5] Jumtee K, Komura H, Bamba T, *et al.* Identification of potent odorants in Japanese green tea (Sen-cha) [J]. J Biosci Bioeng, 2011, 112(3): 252–255.
- [6] 朱旗, 施兆鹏, 任春梅. 绿茶香气不同提取方法的研究[J]. 茶叶科学, 2001, 21(1): 38–43.
- [7] 朱 Q, Shi ZP, Ren CM. Studies on the different aroma making methods of green tea aroma [J]. J Tea Sci, 2001, 21(1): 38–43.
- [8] 何华锋, 朱宏凯, 董春旺, 等. 黑茶香气化学研究进展[J]. 茶叶科学, 2015, 35(2): 121–129.
- [9] He HF, Zhu HK, Dong CW, *et al.* Research progress in flavor chemistry of Chinese dark tea [J]. J Tea Sci, 2015, 35(2): 121–129.
- [10] Jon GW, Eric DC, Yongkyoung K, *et al.* Sample preparation for the analysis of flavors and off-flavors in foods [J]. J Chromatogr A, 2000, (880): 3–33.
- [11] 陈悦娇, 王冬梅, 邓炜强, 等. SDRP 和 SDE 法提取乌龙茶香气成分的比较研究[J]. 中山大学学报(自然科学版), 2005, 44(增): 275–278.
- [12] Chen YJ, Wang DM, Deng WQ, *et al.* Comparison on the aroma constituents of oolong tea extracted by SDRP and SDE methods [J]. Acta Scientiarum Naturalium Univ Sunyatseni (Nat Sci Ed), 2005, 44(S): 275–278.
- [13] Pripdeevech P, Machan T. Fingerprint of volatile flavour constituents and antioxidant activities of teas from Thailand [J]. Food Chem, 2011, 125(2): 797–802.
- [14] 苗爱清, 吕海鹏, 孙世利, 等. 乌龙茶香气的 HS-SPME-GC-MS/GC-O 研究[J]. 茶叶科学, 2010, 30(增 1): 583–587.
- [15] Miao AQ, Lv HP, Sun SL, *et al.* Aroma components of oolong tea by HS-SPME-GC-MS and GC-O [J]. J Tea Sci, 2010, 30(S1): 583–587.
- [16] 龙立梅, 宋沙沙, 李柰, 等. 3 种名优绿茶特征香气成分的比较及种类判别分析[J]. 食品科学, 2015, 36(2): 114–119.
- [17] Long LM, Song SS, Li N, *et al.* Comparisons of characteristic aroma components and cultivar discriminant analysis of three varieties of famous green tea [J]. Food Sci, 2015, 36(2): 114–119.
- [18] Han ZX, Rana MM, Liu GF, *et al.* Green tea flavour determinants and their changes over manufacturing processes [J]. Food Chem, 2016, 212: 739–748.
- [19] Wang P, Mao J, Meng X, *et al.* Changes in flavour characteristics and bacterial diversity during the traditional fermentation of Chinese rice wines from Shaoxing region [J]. Food Control, 2014, 44: 58–63.
- [20] Sheibani E, Duncan SE, Kuhn DD, *et al.* SDE and SPME analysis of flavor compounds in Jinxuan Oolong tea [J]. J Food Sci, 2016, 81(2): 348–358.
- [21] Michiko K, Subhendu N, Ganguly J, *et al.* Aroma composition of oolong tea and black tea by brewed extraction method and characterizing compounds of darjeeling tea aroma [J]. J Agric Food Chem, 1995, 43: 200–207.
- [22] Mitsuya S, Hiroko S, Hideki S, *et al.* Comparison of odor concentrates by SDE and adsorptivecolumn method from green tea infusion [J]. J Agric Food Chem, 1995, 43: 1616–1620.
- [23] Thomas HS, Robert AF, Trichard M, *et al.* Isolation of volatile components from a model system [J]. J Agric Food Chem, 1977, 25(3): 446–449.
- [24] Cai M, Guo X, Liang H, *et al.* Microwave-assisted extraction and antioxidant activity of star anise oil from *Illicium verum* Hook.f [J]. Int J Food Sci Technol, 2013, 48(11): 2423.
- [25] Celano R, Piccinelli AL, Pagano I, *et al.* Oil distillation wastewaters from aromatic herbs as new natural source of antioxidant compounds [J]. Food Res Int, 2017, 99(Pt 1): 298–307.
- [26] Khosravi AR, Shokri H, Fahimirad S. Efficacy of medicinal essential oils against pathogenic *Malassezia* sp. isolates [J]. J Mycol Med, 2016, 26(1): 28–34.
- [27] Zheljzakov VD, Astatkie T, Zhalnov I, *et al.* Method for attaining rosemary essential oil with differential composition from dried or fresh material [J]. J Oleo Sci, 2015, 64(5): 485–496.
- [28] Otto GV, Peter W, Peter H. New volatile constituents of black tea aroma [J]. J Agric Food Chem, 1975, 23(5): 999–1003.
- [29] Park CW, Drake M. The effect of homogenization pressure on the flavor and flavor stability of whole milk powder [J]. J Dairy Sci, 2017, 100(7): 5195–5205.
- [30] Kuo PC, Lai YY, Chen YJ, *et al.* Changes in volatile compounds upon aging and drying in oolong tea production [J]. J Sci Food Agric, 2011, 91(2): 293–301.
- [31] 谢洪学, 何丽君, 吴秀玲. 分散液液微萃取-气相色谱法测定水样中甲拌磷农药[J]. 分析化学研究简报, 2008, 36(11): 1543–1546.
- [32] Xie HX, He LJ, Wu XL. Determination of phorate in water using dispersive liquid-liquid microextraction coupled with gas chromatography [J]. Chin J Anal Chem, 2008, 36(11): 1543–1546.
- [33] Yang T, Zhu Y, Shao CY, *et al.* Enantiomeric analysis of linalool in teas using headspace solid-phase microextraction with chiral gas chromatography [J]. Ind Crops Prod, 2016, 83: 17–23.
- [34] Zhou HC, Hou ZW, Wang DX, *et al.* Large scale preparation, stress analysis, and storage of headspace volatile condensates from *Jasminum sambac* flowers [J]. Food Chem, 2019, 286: 170–178.
- [35] Hu CJ, Li D, Ma YX, *et al.* Formation mechanism of the oolong tea characteristic aroma during bruising and withering treatment [J]. Food Chem, 2018, 269: 202–211.
- [36] Yang T, Zhu Y, Shao CY, *et al.* Enantiomeric analysis of linalool in teas using headspace solid-phase microextraction with chiral gas chromatography [J]. Ind Crops Prod, 2016, 83: 17–23.
- [37] Lv HP, Zhong QS, Lin Z, *et al.* Aroma characterisation of Pu-erh tea using headspace-solid phase microextraction combined with GC/MS and GC-olfactometry [J]. Food Chem, 2012, 130(4): 1074–81.
- [38] 施梦南, 唐德松, 龚淑英, 等. SPME-GC-MS 联用技术分析茉莉花茶的挥发性成分[J]. 中国食品学报, 2013, 13(6): 234–239.

- Shi MN, Tang DS, Gong SY, *et al.* Analysis on volatile components of Jasmine tea using SPME-GC-MS method [J]. J Chin Instit Food Sci Technol, 2013, 13(6): 234–239.
- [33] 陈贤明, 冯林, 罗赛, 等. 组合式焙火工艺对铁观音品质及挥发性香气组分的影响[J]. 食品科学, 2015, 36(20): 73–78.
- Chen XM, Feng L, Li S, *et al.* Analysis of volatile aroma compounds in baking Tieguanyin oolong tea by headspace-solid phase micro-extraction coupled with gas chromatography-mass spectrometry [J]. Food Sci, 2015, 36(20): 73–78.
- [34] 华叙荣, 于涛, 徐哲婷. 固相萃取技术的作用机制及在化学分析中的应用进展[J]. 江西化工, 2019, (1): 26–29.
- Hua XR, Yu T, Xu ZT. Mechanism of solid-phase extraction and research progress on its application in chemical analysis [J]. Jiangxi Chem Ind, 2019, (1): 26–29.
- [35] 王璟琳, 刘国宏, 李善茂, 等. 固相萃取技术及其应用[J]. 长治学院学报, 2005, 22(5): 21–26.
- Wang JL, Liu GH, Li SM, *et al.* Technology and application of solid-phase extraction [J]. J Changzhi Univ, 2005, 22(5): 21–26.
- [36] 张颖, 高蕊, 刘建勋. 固相萃取-高效液相色谱法同时检测健康人血浆中的异荭草素、荭草素和灯盏乙素浓度[J]. 中国临床药理学杂志, 2007, 23(4): 209–303.
- Zhang Y, Gao R, Liu JX. Simultaneous determination the concentration of isoorientin orientin and scutellarin in healthy human plasma by solid phase extraction-HPLC [J]. Chin J Clin Pharmacol, 2007, 23(4): 209–303.
- [37] Feng Z, Li Y, Li M, *et al.* Tea aroma formation from six model manufacturing processes [J]. Food Chem, 2019, 285: 347–354.
- [38] Walker HE, Lehman KA, Wall MM, *et al.* Analysis of volatile profiles of green Hawaiian coffee beans damaged by the coffee berry borer (*Hypothenemus hampei*) [J]. J Sci Food Agric, 2019, 99(4): 1954–1960.
- [39] Wolfgang E, Wolfgang B, Peter S. Solvent assisted flavour evaporation-a new and versatile technique for the careful and direct isolation of aroma compounds from complex food matrices [J]. Eur Food Res Technol, 1999, 209: 237–241.
- [40] Corral S, Leitner E, Siegmund B, *et al.* Determination of sulfur and nitrogen compounds during the processing of dry fermented sausages and their relation to amino acid generation [J]. Food Chem, 2016, 190: 657–664.
- [41] Steinhaus M. Characterization of the major odor-active compounds in the leaves of the curry tree *Bergera koenigii* L. by aroma extract dilution analysis [J]. J Agric Food Chem, 2015, 63(16): 4060–4067.
- [42] Kashima Y, Miyazawa M. Chemical composition and aroma evaluation of essential oils from *Evolvulus alsinoides* L [J]. Chem Biodiv, 2014, 11(3): 396–407.
- [43] 杨梦云, 郑福平, 段艳, 等. 溶剂萃取-溶剂辅助风味蒸发-气质联用分析野韭菜花挥发性成分[J]. 食品科学, 2011, 32(20): 211–216.
- Yang MY, Zheng FP, Duan Y, *et al.* Analysis of volatiles in wild Chinese chive flowers by solvent extraction/solvent-assisted flavor evaporation coupled with gas chromatography-mass spectrometry [J]. Food Sci, 2011, 32(20): 211–216.
- [44] Lau H, Liu SQ, Xu YQ, *et al.* Characterising volatiles in tea (*Camellia sinensis*). Part I: Comparison of headspace-solid phase microextraction and solvent assisted flavour evaporation [J]. LWT-Food Sci Technol, 2018, 94: 178–89.
- [45] Erik B, Pat S, Frank D, *et al.* Stir bar sorptive extraction (SBSE), a novel extraction technique for aqueous samples theory and principles [J]. J Microcolumn Separat, 1999, 11(10): 737–747.
- [46] Herrera C, Castro R, Garcia BC, *et al.* Development of a stir bar sorptive extraction method for the determination of volatile compounds in orange juices [J]. J Sep Sci, 2016, 39(18): 3586–3593.
- [47] Moro A, Libran CM, Berruga MI, *et al.* Dairy matrix effect on the transference of rosemary (*Rosmarinus officinalis*) essential oil compounds during cheese making [J]. J Sci Food Agric, 2015, 95(7): 1507–1513.
- [48] Soini HA, Whittaker DJ, Wiesler D, *et al.* Chemosignaling diversity in songbirds: Chromatographic profiling of preen oil volatiles in different species [J]. J Chromatogr A, 2013, 1317: 186–192.
- [49] Fan W, Shen H, Xu Y. Quantification of volatile compounds in Chinese soy sauce aroma type liquor by stir bar sorptive extraction and gas chromatography-mass spectrometry [J]. J Sci Food Agric, 2011, 91(7): 1187–1198.
- [50] Yang YQ, Yin HX, Yuan HB, *et al.* Characterization of the volatile components in green tea by IRAE-HS-SPME/GC-MS combined with multivariate analysis [J]. PLoS One, 2018, 13(3): e0193393.
- [51] Xu BG, Zhang M, Bhandari B, *et al.* Effect of ultrasound-assisted freezing on the physico-chemical properties and volatile compounds of red radish [J]. Ultrason Sonochem, 2015, 27: 316–324.
- [52] Hernanz VD, Heredia MFJ, Beltran LR, *et al.* Optimization of an extraction method of aroma compounds in white wine using ultrasound [J]. Talanta, 1999, 50(2): 413–421.
- [53] Rorke DCS, Suinyuy TN, Gueguim KEB. Microwave-assisted chemical pretreatment of waste sorghum leaves: Process optimization and development of an intelligent model for determination of volatile compound fractions [J]. Bioresour Technol, 2017, 224: 590–600.
- [54] Zhou Q, Yang M, Huang F, *et al.* Effect of pretreatment with dehulling and microwaving on the flavor characteristics of cold-pressed rapeseed oil by GC-MS-PCA and electronic nose discrimination [J]. J Food Sci, 2013, 78(7): 961–970.
- [55] Lucchesi ME, Chemat F, Smadja J. An original solvent free microwave extraction of essential oils from spices [J]. Flavour Frag J, 2004, 19(2): 134–138.
- [56] 武瑞鹏, 霍清, 周红阳. 盐析-水蒸气蒸馏法提取香柏精油工艺的优化[J]. 湖北农业科学, 2012, 51(5): 991–993.
- Wu RP, Huo Q, Zhou HY. Optimization of salting out-steam distillation technology for essential oil extraction from *Thuja occidentalis* [J]. Hubei Agric Sci, 2012, 51(5): 991–993.

(责任编辑: 武英华)

作者简介



郭向阳, 博士, 主要研究方向为风味化学、分子感官科学, 茶叶加工与品质化学。
E-mail: xiangyang.guo@ahau.edu.cn



宛晓春, 博士, 教授 主要研究方向为茶叶加工与品质化学。
E-mail: xcwan@ahau.edu.cn